

=> s de3226451/pn

L1 1 DE3226451/PN

=> d ab

L1 ANSWER 1 OF 1 WPINDEX COPYRIGHT 2004 THOMSON DERWENT on STN

AB DE 3226451 A UPAB: 19930925

Homogeneous quartz glass plates, free from streaks or bubbles, are produced by lowering a solid quartz glass cylinder into the graphite crucible, filled with an inert gas in a split kettle. After heating to the fluidity limit, the lowering is continued as the molten glass spreads over the crucible bottom until the desired glass thickness is reached. When solidified, the surplus cylinder is cut off.

This produces glass plates of high optical quality of any contours and with dimensions much greater than the dia. of the solid cylinder.

0/1

4823P122US

2

⑬ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ Patentschrift
⑪ DE 3226451 C2

⑤① Int. Cl. 3:
C03B 20/00
C 04 B 39/00

⑳ Aktenzeichen: P 32 26 451.8-45
㉑ Anmeldetag: 15. 7. 82
㉒ Offenlegungstag: 19. 1. 84
㉓ Veröffentlichungstag
der Patenterteilung: 27. 9. 84

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

㉔ Patentinhaber:
Heraeus Quarzschmelze GmbH, 6450 Hanau, DE

㉕ Erfinder:
Kreutzer, Karl; Simmat, Fritz, 6460 Gelnhausen, DE

⑤⑥ Im Prüfungsverfahren entgegengehaltene
Druckschriften nach § 44 PatG:
NICHTS-ERMITTELT

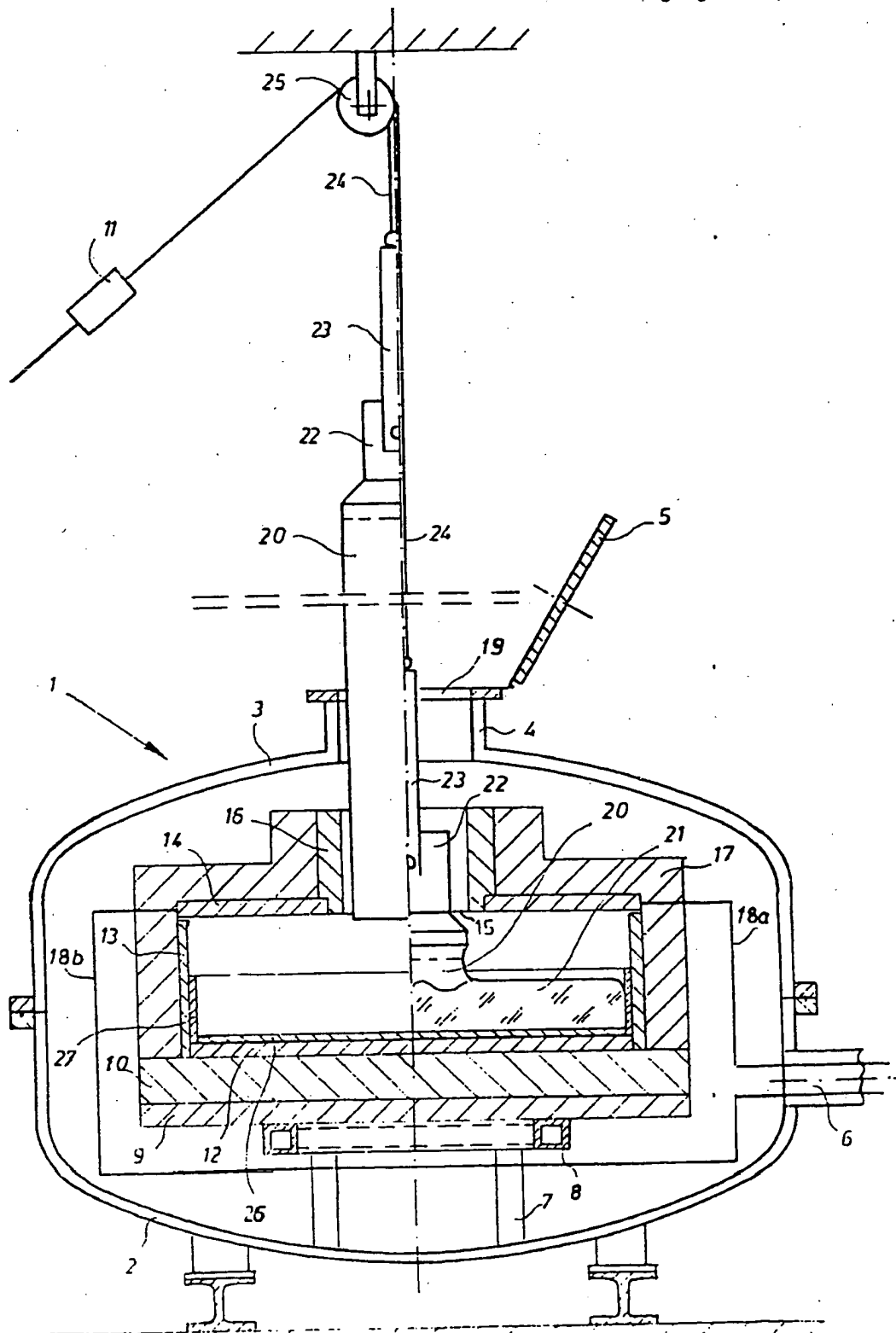
⑤④ Verfahren zur Herstellung von schlierenfreien, blasenfreien und homogenen Quarzglasplatten und Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens

DE 3226451 C2

BEST AVAILABLE COPY

ZEICHNUNGEN BLATT 1

Nummer: 32 26 451
 Int. Cl.³: C 03 B 20/00
 Veröffentlichungstag: 27. September 1984



32 26 451

1

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Herstellung von praktisch schlierenfreien, blasenfreien und homogenen Quarzglasplatten beliebig vorgegebener Konfiguration aus einem praktisch schlierenfreien, blasenfreien und homogenen Quarzglasvollzylinder, dadurch gekennzeichnet, daß zur Herstellung von Quarzglasgroßplatten, deren Fläche die Fläche des Vollzylinders quer zur Zylinderachse wesentlich übersteigt, das freie Ende des an seinem anderen Ende aufgehängten Quarzglasvollzylinders vertikal in den Innenraum eines in einem mit Inertgas gefluteten Kessel angeordneten Graphittiegels vorgegebener Konfiguration abgesenkt, dort auf eine Fließtemperatur im Bereich von 1700 bis 1900°C erhitzt und nach Erreichen dieser Temperatur zum Ausfließen des Quarzglases bis zur Berührung mit dem Tiegelboden abgesenkt, unter Fortsetzung der Erhitzung der Quarzglasvollzylinder kontinuierlich so lange nachgeführt wird, bis die Höhe des im Graphittiegel ausgeflossenen Quarzglases die gewünschte Plattenstärke erreicht hat, und daß nach dem Abkühlen des ausgeflossenen Quarzglases der Restteil des Vollzylinders vom ausgeflossenen Quarzglas abgetrennt und das ausgeflossene Quarzglas als Platte dem Tiegel entnommen wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß vor dem Fluten des Kessels mit Inertgas der Kessel evakuiert und auf eine Temperatur im Bereich von 1500 bis 1700°C aufgeheizt wird.

3. Verfahren nach den Ansprüchen 1 und/oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Kessel mit Stickstoff geflutet und in ihm eine Stickstoffatmosphäre von Normaldruck aufrechterhalten wird.

4. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Quarzglasvollzylinder durch einen über dem Graphittiegel im Kessel angeordneten elektrischen Heizkörper eingeführt bzw. nachgeführt wird.

5. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Quarzglasvollzylinder mit einer solchen Geschwindigkeit nachgeführt und eine solche Fließtemperatur aufrechterhalten wird, daß etwa 40 bis 60 kg Quarzglas pro Stunde ausfließen.

6. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß nach dem Unterbrechen der Nachführung des Quarzglasvollzylinders das ausgeflossene Quarzglas noch mindestens 0,5 Stunden auf Fließtemperatur gehalten wird.

7. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß ein mit Zirkonoxid ausgekleideter Graphittiegel verwendet wird.

8. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7, gekennzeichnet durch einen evakuierbaren Kessel (1) mit durch einen Deckel (5) verschließbare Flanschöffnung (19) im Kesseloberteil (3), einen innerhalb des Kessels angeordneten Graphittiegel, dessen Boden (12) vollständig und dessen Seitenwände (13) wenigstens bis zu einer vorgegebenen Höhe, die der Stärke der herzustellenden Quarzglasplatte entspricht, mit Zirkonoxid ausgekleidet sind, eine oberhalb des Tiegels angeordnete elektrische

2

Heizeinrichtung (14) mit einer Durchtrittsöffnung (15), deren Größe die Querschnittsfläche eines Quarzglasvollzylinders (20) übersteigt, der vertikal an einer Nachführeinrichtung über dem Kessel aufgehängt ist.

9. Vorrichtung nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß der Boden (12) des Graphittiegels mit Zirkonoxidgranulat und dieses mit einer Filzschicht aus Zirkonoxid bedeckt sind.

10. Vorrichtung nach den Ansprüchen 8 und/oder 9, dadurch gekennzeichnet, daß Seitenwände des Graphittiegels innen mit Faserplatten (27) aus Zirkonoxid abgedeckt sind.

11. Vorrichtung nach einem oder mehreren der Ansprüche 8 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß die elektrische Heizeinrichtung (14) aus einer auf der Oberkante des Graphittiegels aufliegenden Graphitplatte besteht.

12. Vorrichtung nach den Ansprüchen 8 und 11, dadurch gekennzeichnet, daß sich von der Durchtrittsöffnung der Heizeinrichtung (14) eine Graphitmanschette (16) in Richtung zur Flanschöffnung erstreckt.

13. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche 8 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß der Quarzglasvollzylinder (20) mit einem Pfeifenteil (229) verschmolzen ist, das seinerseits an einer Aufhängevorrichtung (23) und diese an einem auf einer Winde aufgerollten Stahlseil (24) befestigt ist.

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Herstellung von praktisch schlierenfreien, blasenfreien und homogenen Quarzglasplatten beliebiger Konfiguration aus einem praktisch schlierenfreien, blasenfreien und homogenen Quarzglasvollzylinder sowie auf eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens.

Unter praktisch schlierenfreiem, blasenfreiem und homogenem Quarzglas wird ein solches verstanden, das bei Prüfung der Durchsichtflächen mit einem Testgerät keine oder nur sehr schwache Schlieren zeigt, das einen durchschnittlichen Gesamtblasenquerschnitt kleiner 0,1 mm²/100 cm² (Blasenklasse 1 und/oder 0) aufweist und das bei interferometrischer Prüfung bei einer Testöffnung von 70 mm ein Delta-*n* kleiner 2 · 10⁻⁶ besitzt.

Aus der DE-PS 4 45 763 ist ein Verfahren zur Herstellung von flächenhaften Gegenständen aus geschmolzenem Quarz mit Hilfe von elektrischen Widerstandsöfen bekannt. Bei diesem Verfahren wird ein stabförmiger, elektrischer Heizwiderstand ringsum mit dem zu schmelzenden Ausgangsmaterial umgeben, und durch die Wirkung des Heizstroms ein röhrenförmiger Schmelzling erzeugt, sodann der Heizwiderstand rasch aus ihm herausgezogen, und der Schmelzling durch Druck zu einem plattenförmigen Körper zusammengepreßt.

Aus der DE-PS 6 97 699 ist die Herstellung von blasenfreien Formkörpern aus Quarzglas bekannt. Als Ausgangsmaterial hat man meist klare Quarzstücke aus Bergkristall verwendet, die umgeschmolzen und danach in üblicher Weise verformt wurden. Bekannt ist hieraus ferner die Herstellung von Quarzglasformkörpern in der Weise, daß man aus Kieselsäurepulver auf kaltem

Wege zunächst Formkörper der gewünschten Gestalt hergestellt hat, und diese dann in einem elektrischen Ofen im Vakuum bis zum Glasigwerden erhitzt hat. Auch die Herstellung von Quarzblöcken im Vakuum aus körnigem Ausgangsmaterial war bekannt. Die Blöcke wurden anschließend unter erneutem Erhitzen in eine endgültige Form gepreßt.

In Anbetracht dessen, daß vorstehend erwähnte Herstellungsverfahren noch stark blasenhaltige Produkte liefern, selbst wenn, wie in der DE-PS 6 97 699 erwähnt, von blasenfreien Körpern gesprochen wird, wurde gemäß der US-PS 27 26 487 die Herstellung von im wesentlichen blasenfreien, also blasenarmen, klaren Quarzglasprodukten dadurch erreicht, daß das körnige Ausgangsmaterial, wie reiner Quarzsand, mit einer Silikatlösung imprägniert und nach dem Trocknen der Flüssigkeitskomponente, wobei sich SiO_2 in den Poren des Ausgangsmaterials niederschlägt, unter Vakuum in einen Graphittiegel eingeschmolzen wird. Man gewinnt auf diese Weise transparente, blasenarme Flachkörper aus Quarzglas.

Aus der DE-PS 5 49 083 ist ein Verfahren zum Erzeugen plattenförmiger Körper aus Quarz bekannt. Das aus feuchtem, feinem Quarzsand bestehende Schmelzgut wird in eine flache, zylindrische Vertiefung eingebracht, die aus Silizium-Karbidsteinen gebildet ist. Mittels der Flammen eines Heizgasstroms, der aus einer über dem Schmelzgut angeordneten Haube austritt, wird das Schmelzgut von oben her erhitzt. Der in die zylindrische Vertiefung eingefüllte Quarzsand (Füllhöhe 8 cm) wird nur zum Teil durchgeschmolzen, so daß die auf diese Weise gewonnene Quarzplatte, deren Dicke in der Mitte 3 cm und am Rand 2,5 cm beträgt, noch auf feinem Quarzsand gelagert ist. Die von oben auf das Schmelzgut gerichtete Wärme verteilt sich diffus nach allen Richtungen hin, weil die verwendeten Silizium-Karbidsteine gute Wärmeleiter sind, d. h. die Wärme fließt seitlich durch die Silizium-Karbidsteine ab.

Ferner ist es bekannt, schlierenfreie, blasenfreie und homogene Quarzglasplatten beliebig vorgegebener Konfiguration dadurch herzustellen, daß man von einem praktisch schlierenfreien, blasenfreien und homogenen Quarzglasvollzylinder kreisförmigen Querschnitts eine Platte absägt und diese kreisförmige Platte dann auf die gewünschte Konfiguration, wie eine Rechteckplatte, zurechtschneidet. Hierbei ist man selbstverständlich auf die Herstellung von Quarzglasplatten eingeschränkt, deren Fläche kleiner ist als die kreisförmige Querschnittsfläche des Vollzylinders.

Die Erfindung hat sich daher die Aufgabe gestellt, ein Verfahren zur Herstellung von Quarzglasgroßplatten unter Verwendung eines Quarzglasvollzylinders zu schaffen, wobei die Fläche der Quarzglasgroßplatte beliebige Konfiguration aufweist und wesentlich die Querschnittsfläche des Vollzylinders übersteigt.

Gelöst wird diese Aufgabe für ein Verfahren der eingangs charakterisierten Art erfindungsgemäß dadurch, daß zur Herstellung von Quarzglasgroßplatten, deren Fläche die Fläche des Vollzylinders quer zur Zylinderachse wesentlich übersteigt, das freie Ende des an seinem anderen Ende aufgehängten Quarzglasvollzylinders vertikal in den Innenraum eines mit Zirkonoxid ausgekleideten, in einem mit Inertgas gefluteten Kessel angeordneten Graphittiegels vorgegebener Konfiguration abgesenkt, dort auf eine Fließtemperatur im Bereich von 1700 bis 1900°C erhitzt und nach Erreichen dieser Temperatur zum Ausfließen des Quarzglases bis zur Berührung mit dem Tiegelboden abgesenkt, unter

Fortsetzung der Erhitzung der Quarzglasvollzylinder kontinuierlich so lange nachgeführt wird, bis die Höhe des im Graphittiegel ausgeflossenen Quarzglases die gewünschte Plattenstärke erreicht hat, und daß nach dem Abkühlen des ausgeflossenen Quarzglases der Restteil des Vollzylinders vom ausgeflossenen Quarzglas abgetrennt und das ausgeflossene Quarzglas als Platte dem Tiegel entnommen wird.

Weitere vorteilhafte Merkmale des erfindungsgemäßen Verfahrens ergeben sich aus den Unteransprüchen 2 bis 7.

Durch das erfindungsgemäße Verfahren ist es erstmals möglich, Quarzglasplatten von besonders hochwertiger optischer Qualität in beliebigen Konfigurationen und mit Abmessungen herzustellen, die die Abmessungen des als Ausgangsmaterial verwendeten Quarzglasvollzylinders erheblich übertreffen. Außerdem ist noch hervorzuheben, daß durch das erfindungsgemäße Verfahren die Homogenität des Ausgangsmaterials durch den Ausfließvorgang verbessert wird, während die übrigen Materialeigenschaften, nämlich Schlieren- und Blasenfreiheit, denen des Ausgangsmaterials entsprechen und erhalten bleiben. Auch findet eine bessere Verteilung, eventuell im Ausgangsmaterial vorhandener Schlieren, sowie eine Verminderung des Blasengehaltes durch Ausdiffundieren statt. Nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellte Quarzglasplatten waren nicht nur praktisch schlierenfrei, sondern auch blasenfrei und wiesen eine Homogenität von besser als $\Delta n = 8 \cdot 10^{-6}$ (bei einer Testöffnung von 700 mm) auf bei einem Δn des Ausgangsmaterials von $1 \cdot 10^{-5}$ (bei einer Testöffnung von 230 mm).

Anhand der Figur wird das erfindungsgemäße Verfahren erläutert sowie eine bevorzugte Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens beschrieben. Dabei ist in der linken Hälfte der schematischen Figur die Position des Quarzglasvollzylinders während der Anheizphase dargestellt und in der rechten Hälfte die Position dieses Zylinders gegen Ende des Ausfließvorganges.

Die Bezugsziffer 1 ist einem wassergekühlten Kessel zugeordnet, der aus dem Kesselunterteil 2 und dem Kesseloberteil 3 besteht, die vakuumdicht miteinander verbunden sind. Das Kesseloberteil 3 weist einen Flanschstützen 4 auf, der mittels eines Deckels 5 vakuumverschiebbar ist. Am Kesselunterteil 2 ist ein Stutzen 6 angeordnet, der mit einer Vakuumpumpe oder mit einem Inertgas-Vorratsbehälter, wie Stickstoff-Flasche, verbindbar ist. Innerhalb des Kessels ist der Chargiertisch 7 angeordnet, der vorzugsweise gekühlt ist. Auf der Tischplatte 8 des Chargiertisches 7 ist die tragende Graphitplatte 9 angeordnet, die mit einer Schicht 10 aus Schaumkohlenstoff oder Kohlenfilz bedeckt ist. Auf dieser Schicht 10 ist der Graphittiegel aufgebaut, der aus einer Bodenplatte 12 und den Seitenwandplatten 13 gebildet wird. Die Bodenplatte ist mit der Zirkonoxidschicht 26 bedeckt, die aus einer Granulatschicht und einer das Granulat bedeckenden Filzschicht besteht. Die Seitenwandplatten 13 sind mit Faserplatten 27 aus Zirkonoxid abgedeckt. Auf der Oberkante des Graphittiegels ist eine Graphitheizplatte 14 angeordnet, die eine Durchtrittsöffnung 15 aufweist. Von der Durchtrittsöffnung 15 erstreckt sich eine Graphitmanschette 16 nach oben. Die Tiegelseitenwände, die Graphitheizplatte sowie die Graphitmanschette sind nach außen mittels Isolationskörper 17 aus Schaumkohlenstoff oder Kohlenfilz abgedeckt. Die Graphitheizplatte 14 ist über die Stromzuführungen 18a, 18b, die durch den Stutzen 6 geführt sind, mit einer nicht dargestellten Wechsel-

stromquelle verbunden.

Die Herstellung von Quarzplatten mittels der beschriebenen Vorrichtung erfolgt nun wie nachfolgend erläutert:

Nach Verschuß der Flanschöffnung 19 im Kessel-
oberteil 3 wird der Kessel 1 über den Stutzen 6 evaku-
iert, vorzugsweise auf einen Druck von größenord-
nungsmäßig 1 mbar, und die Graphitheizplatte 14 mit
Strom versorgt, so daß der Kessel auf eine Temperatur
im Bereich von 1500 bis 1700°C aufgeheizt wird. Nach
Erreichen des Druckes von etwa 1 mbar wird die Vaku-
umpumpe abgestellt und der Kessel mit Stickstoff von
Normalatmosphärendruck geflutet. Nach Entfernen des
Deckels 5 vom Flanschstutzen 4 wird der Quarzglasvoll-
zylinder 20 so weit in den Kessel abgelassen, wie im
linken Teil der Figur dargestellt. In dieser Position wird
das freie Ende des Quarzglasvollzylinders 20 auf eine
Fließtemperatur im Bereich von 1700 bis 1900°C erhitzt
und nach Erreichen dieser Temperatur wird der Quarz-
glasvollzylinder 20 bis zur Berührung mit dem Boden
des Graphittiegels abgesenkt, so daß das Quarzglas aus-
fließt. Unter Fortsetzung der Erhitzung des Quarzglas-
vollzylinders 20 wird dieser kontinuierlich so lange
nachgeführt, bis die Höhe des im Graphittiegel ausge-
flossenen Quarzglases 21 die gewünschte Plattenstärke
erreicht hat. Die Graphitmanschette 16 dient zur Vor-
heizung des Quarzglasvollzylinders, so daß dessen Tem-
peratur von oben nach unten zunimmt. Die Nachfüh-
rung des Quarzglasvollzylinders erfolgt mit einer sol-
chen Geschwindigkeit und unter Aufrechterhaltung ei-
ner solchen Fließtemperatur, daß etwa 40 bis 60 kg
Quarzglas pro Stunde ausfließen. Der Quarzglasvollzy-
linder 20 ist mit einem Pfeifenteil 22 verschmolzen, das
seinerseits an einer Aufhängevorrichtung 23, die vor-
zugsweise gekühlt ist, befestigt ist. Die Aufhängevor-
richtung 23 ist mit einem Stahlseil 24 verbunden, das
über eine Umlenkrolle 25 auf eine nicht dargestellte
Winde aufgerollt ist. Sobald die Höhe des im Graphittie-
gel ausgeflossenen Quarzglases die gewünschte Platten-
stärke erreicht hat, was dann der Fall ist, wenn der
Quarzglasvollzylinder bis in die Position, wie sie auf der
rechten Seite der Figur dargestellt ist, abgesenkt ist,
wird die weitere Nachführung des Quarzglasvollzylinders
unterbrochen und das ausgeflossene Quarzglas
noch während mindestens 0,5 Stunden auf Fließtempe-
ratur gehalten. Danach läßt man das ausgeflossene
Quarzglas abkühlen, der Restteil des Quarzglasvollzy-
linders wird vom ausgeflossenen Quarzglas 21 abge-
trennt und danach wird das ausgeflossene Quarzglas als
Platte dem Tiegel entnommen.

Die Nachführung des Quarzglasvollzylinders 20 in
den Graphittiegel erfolgt über die nicht dargestellte
Winde, die so geregelt ist, daß eine konstante Gewichts-
verminderung an einer Zugmeßdose 11 feststellbar ist.

Es hat sich bewährt, den Abkühlvorgang des ausge-
flossenen Quarzglases nach Erreichen einer Temperatur
von etwa 1100°C zu unterbrechen, um unter Verwen-
dung der Graphitheizplatte 14 das ausgeflossene Quarz-
glas noch einem Temperprozeß zu unterwerfen, ehe es
danach dann vollständig abkühlt.

Mittel des erfindungsgemäßen Verfahrens ist es glun-
gen, Quarzglasplatten von 1000 mm · 1000 mm mit ei-
ner Dicke von 80 mm herzustellen unter Verwendung
eines Quarzglasvollzylinders mit einem Durchmesser
von 200 mm und einer Höhe von 3000 mm.

Selbstverständlich ist die Erfindung nicht beschränkt
auf die Verwendung von Quarzglasvollzylindern, die aus
natürlichen Quarzkristallen hergestellt sind, sondern

eignet sich in gleicher Weise für die Verwendung von
Vollzylindern aus synthetisch hergestelltem Quarzglas.

Hierzu 1 Blatt Zeichnungen

BEST AVAILABLE COPY